

4) минимизация возможности попадания примесей в конечный продукт.

С учетом всех вышеперечисленных особенностей на кафедре Редких Металлов и Наноматериалов Физико-технологического института была спроектирована и создана опытно-промышленная установка для получения нитрида алюминия высокой чистоты газофазным способом. Проведенные испытания установки показали, что процесс протекает с необходимой степенью выхода годного продукта, однако условия получения нитрида алюминия в крупных масштабах резко отличаются от условий лабораторных исследований, в связи с чем возникла необходимость оптимизации технологических параметров процесса.

Прежде всего, была решена технологическая задача по перемешиванию компонентов внутри реакционной зоны с помощью устройства вращения горизонтальной цилиндрической реакционной ячейки вокруг центральной оси. Это существенно повлияло на полноту протекания химической реакции. С помощью графитового нагревателя удалось создать необходимый градиент температур вдоль горизонтальной цилиндрической реакционной ячейки. Это позволило разбить реакционную ячейку на несколько температурных зон, благодаря чему появилась возможность создавать необходимые температурные условия для получения конечного продукта с заданными свойствами. Для минимизации возможности попадания примесей в конечный продукт внутренняя поверхность реакционной ячейки футерована кольцами из нитрида алюминия. Также добавлено устройство изменения угла наклона реакционной ячейки, позволяющее влиять на скорость перемещения исходных материалов через разные температурные зоны во время процесса.

Таким образом, с помощью модернизации конструкции и создания необходимых технических условий для проведения процесса удалось достичь реализации важнейших технологических задач.

СИНТЕЗ И ТРАНСПОРТНЫЕ СВОЙСТВА ФТОР-ЗАМЕЩЕННЫХ КИСЛОРОДДЕФИЦИТНЫХ СОЕДИНЕНИЙ НА ОСНОВЕ $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$

Журик Н.В., Филинкова Я.В., Анимациа И.Е.

Уральский федеральный университет
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19

Сложный оксид с перовскитоподобной структурой состава $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ является перспективным высокотемпературным

протонным электролитом. Установлено, что в атмосфере с низким содержанием паров воды данный состав проявляет кислород-ионную проводимость в широком температурном интервале, а при увеличении влажности, при температурах ниже 500°C, диссоциативно поглощает воду и становится преимущественно протонным проводником. Кроме того, активно исследуются фазы на основе $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$, полученные путем изо- и гетеровалентного замещения в катионных подрешетках. Однако, существует и другой подход к модифицированию структуры исходного соединения - введение в *анионную* подрешетку иона с иной степенью окисления. Данный подход может привести к изменению энергии связи «анион-водород», что в свою очередь скажется на подвижности протонов, а значит и на величине протонной проводимости.

В настоящей работе были получены фтор-замещенные фазы на основе $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$ по механизму, предполагающему частичное замещение анионных вакансий: $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11-x}\text{F}_{2x}[\text{V}_\text{O}]_{1-x}$, где $0 \leq x \leq 0.4$. Образцы были синтезированы по керамической технологии при ступенчатом повышении температуры (800-1350°C) и многократных перетираниях. Рентгенографически установлено, что все составы получены однофазными и характеризуются кубической структурой двойного перовскита.

Методами термогравиметрии и масс-спектроскопии проведено исследование возможности внедрения воды из газовой фазы в структуру образцов $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11-x}\text{F}_{2x}$. Установлена концентрационная зависимость предела гидратации.

Исследование температурных зависимостей общей электропроводности проведено в атмосферах различной влажности (сухая атмосфера $p\text{H}_2\text{O}=10^{-5}$ атм, влажная атмосфера $p\text{H}_2\text{O}=0.02$ атм).

На основании полученных результатов проведено обсуждение влияния анионного допирования на транспортные свойства $\text{Ba}_4\text{Ca}_2\text{Nb}_2\text{O}_{11}$.

Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ №10-03-01149а и ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009–2013 годы.